

**This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record**

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

**Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.**

**Defects in the images may include (but are not limited to):**

- **BLACK BORDERS**
- **TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- **FADED TEXT**
- **ILLEGIBLE TEXT**
- **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- **COLORED PHOTOS**
- **BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS**
- **GRAY SCALE DOCUMENTS**

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

DERWENT-ACC-NO: 1990-041780  
DERWENT-WEEK: 199006  
COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Formation of aluminium nitride film - by dissolving aluminium-contg.  
metal alkoxide, hydrolysing applying to supporting body and heat-treating

PATENT-ASSIGNEE: SANYO ELECTRIC CO[SAOL]

PRIORITY-DATA: 1988JP-0151742 (June 20, 1988)

PATENT-FAMILY:

| PUB-NO        | PUB-DATE          | LANGUAGE | PAGES | MAIN-IPC |
|---------------|-------------------|----------|-------|----------|
| JP 01319682 A | December 25, 1989 | N/A      | 003   | N/A      |

APPLICATION-DATA:

| PUB-NO       | APPL-DESCRIPTOR | APPL-NO        | APPL-DATE     |
|--------------|-----------------|----------------|---------------|
| JP 01319682A | N/A             | 1988JP-0151742 | June 20, 1988 |

INT-CL (IPC): C01B021/07; C23C018/10

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 01319682A

BASIC-ABSTRACT: Al-nitride film is formed by dissolving Al-contg. metal  
alkoxide into an inorganic solvent to a soln.; adding water to the soln. to  
hydrolyse the metal alkoxide; applying the soln. on a supporting body; and heat  
treating in N<sub>2</sub> atmos.

USE/ADVANTAGE - For making Al-nitride film used for substrate for  
semiconductors, having high heat releasability.

In an example, Al-nitride film was formed on a support, e.g. glass plate, by  
dissolving Al(OC<sub>4</sub>H<sub>9</sub>)<sub>3</sub> into benzene to the soln.; adding water to produce  
Al(OH)<sub>3</sub>; dipping the glass plate several times into the soln. to have 10-100  
microns thick AlN film afterwards; heating in N<sub>2</sub> atmos. at 600-1000 deg.C to  
form AlN film of polycrystals after reaction of Al(OH)<sub>3</sub> with N<sub>2</sub> gas. The AlN  
film thus obtd. had hexagonal crystal structure.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/1

TITLE-TERMS:

FORMATION ALUMINIUM NITRIDE FILM DISSOLVE ALUMINIUM CONTAIN METAL ALKOXIDE  
HYDROLYSIS APPLY SUPPORT BODY HEAT TREAT

DERWENT-CLASS: L03

CPI-CODES: L02-H02B2; L04-C22;

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C1990-018472

CLIPPEDIMAGE= JP401319682A

PAT-NO: JP401319682A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 01319682 A

TITLE: FORMATION OF ALUMINUM NITRIDE FILM

PUBN-DATE: December 25, 1989

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

NISHIKAWA, SEIJI

SHIBATA, KENICHI

TAKEUCHI, KOSUKE

TANAKA, TOSHIHARU

NAKANO, SHOICHI

KUROKI, KAZUHIKO

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

SANYO ELECTRIC CO LTD

N/A

APPL-NO: JP63151742

APPL-DATE: June 20, 1988

INT-CL (IPC): C23C018/10;C01B021/072

US-CL-CURRENT: 423/412,501/96.3 ,501/98.4

ABSTRACT:

PURPOSE: To easily form an AlN film at a low cost in a short period of time by adding water to an org. solvent soln. of metal alkoxide contg. Al to hydrolyze soln., coating the soln. on a base and heat treating the coating in a nitrogen atmosphere.

CONSTITUTION: The metal alkoxide such as  $\text{Al}(\text{OC}(\text{R})_3)_3$  contg. Al is dissolved into an org. solvent such as benzene to prepare the soln. The water is then added to this soln. to hydrolyze the above-mentioned metal alkoxide. The soln. contg. the  $\text{Al}(\text{OH})_3$  formed in such a manner is coated to a prescribed thickness by a dipping method, etc., on the base. The base is thereafter disposed in a heater and is heated to about

600-1,000°C in a nitrogen atmosphere. The polycrystalline Al film having the desired thickness is formed on the base in this way. The above-mentioned heating temp. is set at about 1,000°C at this time, by which the AlN film having the crystal structure of the hexagonal type in which the C-axis is perpendicular to the substrate surface is obtained.

COPYRIGHT: (C)1989, JPO&Japio

## ⑫ 公開特許公報(A) 平1-319682

⑤ Int. Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成1年(1989)12月25日

C 23 C 18/10  
C 01 B 21/0726686-4K  
G-7508-4G

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全3頁)

⑭ 発明の名称 窒化アルミニウム膜の形成方法

⑯ 特 願 昭63-151742

⑰ 出 願 昭63(1988)6月20日

|         |           |     |                   |           |
|---------|-----------|-----|-------------------|-----------|
| ⑱ 発 明 者 | 西 川       | 誠 司 | 大阪府守口市京阪本通2丁目18番地 | 三洋電機株式会社内 |
| ⑱ 発 明 者 | 柴 田       | 賢 一 | 大阪府守口市京阪本通2丁目18番地 | 三洋電機株式会社内 |
| ⑱ 発 明 者 | 竹 内       | 孝 介 | 大阪府守口市京阪本通2丁目18番地 | 三洋電機株式会社内 |
| ⑱ 発 明 者 | 田 中       | 敏 晴 | 大阪府守口市京阪本通2丁目18番地 | 三洋電機株式会社内 |
| ⑱ 発 明 者 | 中 野       | 昭 一 | 大阪府守口市京阪本通2丁目18番地 | 三洋電機株式会社内 |
| ⑱ 発 明 者 | 黒 木       | 和 彦 | 大阪府守口市京阪本通2丁目18番地 | 三洋電機株式会社内 |
| ⑲ 出 願 人 | 三洋電機株式会社  |     | 大阪府守口市京阪本通2丁目18番地 |           |
| ⑲ 代 理 人 | 弁理士 西野 卓嗣 |     | 外1名               |           |

2

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

窒化アルミニウム膜の形成方法

## 2. 特許請求の範囲

(1) アルミニウムを含有した金属アルコキシドを有機溶媒に溶かして溶液とし、該溶液に水を加えて上記金属アルコキシドを加水分解させ、これを支持体に塗布した後、窒素雰囲気中で熱処理することを特徴とする窒化アルミニウム膜の形成方法。

## 8. 発明の詳細な説明

## (1) 産業上の利用分野

本発明は窒化アルミニウム膜の形成方法に関する。

## (2) 従来の技術

窒化アルミニウム(A<sub>2</sub>N<sub>3</sub>)は高電気抵抗、高絶縁耐圧、低誘電率、高熱伝導率、低熱膨張率などの特徴を持つ素材で、放熱性の高い半導体用基板等に開発が進められている。斯るA<sub>2</sub>N<sub>3</sub>膜の形成方法は、昭和62年窒素協会年会講演予稿集、

3A04、P.705~706に開示されている如く周知の減圧CVD装置を用いている。即ち、減圧した反応炉内に原料ガスのAlCl<sub>3</sub>、NH<sub>3</sub>を導入し、これを熱分解することによって、基板上にA<sub>2</sub>N<sub>3</sub>膜を堆積するものである。

## (3) 発明が解決しようとする課題

しかし乍ら、斯る先行技術では反応炉内を減圧するための減圧手段が必要であるため、装置が大がかりなものになってしまい、製造コストが高くなる。さらにA<sub>2</sub>N<sub>3</sub>膜の形成前に反応炉内を一度高真空にするため、時間的な損失が大きいという欠点を有している。

したがって、本発明は簡単な装置を用いることができ、しかも形成時間の短いA<sub>2</sub>N<sub>3</sub>膜の形成方法を提供するものである。

## (4) 課題を解決するための手段

本発明は、支持体上に窒化アルミニウム膜を形成する方法であって、アルミニウムを含有した金属アルコキシドを有機溶媒に溶かして溶液とし、該溶液に水を加えて上記金属アルコキシドを加水

分解させ、これを支持体に塗布した後、窒素雰囲気中で熱処理することを特徴とする。

#### 樹 作 用

上述の如く、本発明方法は気相反応を用いないため、反応炉内を高真空にする必要はなくなる。

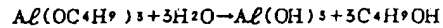
#### (ハ) 実 施 例

第1図に本発明形成方法に用いる加熱装置の一実施例を示す。同図において、(1)は石英等からなる耐熱性の反応管、(2)及び(3)は夫々対向する反応管(1)の端部に配され、当該反応管(1)に窒素を導入、排気するガス導入管及びガス排出管で、反応管(1)の端部に栓体(4)(4)で夫々接続されている。(5)は上記反応管(1)の周囲に配され、反応管(1)内部を加熱する電気ヒータ、(6)は所望のAlN膜を被着する支持体、(7)は該支持体(6)を反応管(1)内に載置するアルミナ等からなる載置台である。尚、斯る加熱装置は何ら特別な構成を持つものではなく、後述するように、1000℃程度まで耐え得るものであればよい。

次に、本発明形成方法の一実施例を、化学反応

式と共に詳述する。

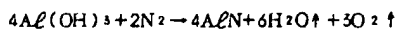
先ず、 $Al(OC_4H_9)_3$ 、 $Al(OC_3H_7)_3$ 、 $(CH_3O)_3Al$ 等で表わされるアルミニウム含有の金属アルコキシド、例えば $Al(OC_4H_9)_3$ を用意し、これにベンゼン等の有機溶剤を加えて溶かし溶液状にする。そして、この溶液に水を加えて加水分解させ、 $Al(OH)_3$ を生成する。この時の化学反応は次式の通りである。



次に、生成された $Al(OH)_3$ 溶液にガラス等の支持体(6)を浸漬して支持体(6)表面に溶液を塗布する。このように溶液中への支持体(6)の浸漬を数回繰返すことによって、支持体(6)上に塗布される溶液の量をある程度まで増やすことができ、後に形成されるAlN膜の膜厚を100μm程度まで変えることができる。また、 $Al(OH)_3$ 溶液の塗布法としては他に、スピンオン塗布法あるいはスプレー法等を用いてもよい。

次いで斯る支持体(6)を第1図に示した加熱装置内に載置し、窒素雰囲気中で600～1000℃

の加熱を行う。これにより、支持体(6)表面に塗布された $Al(OH)_3$ と $N_2$ が反応し、支持体(6)表面に10～100μm程度の多結晶窒化アルミニウム(AlN)膜が形成される。この時の化学反応は次式に示す通りである。



通常AlN膜は六方晶形の結晶構造であり、そのc軸が支持体(6)表面に垂直となれば、圧電特性を持つようになる。即ち、斯るAlN膜表面に電極を設けることによって弾性表面波素子として利用できる。ところで本発明者が本発明形成方法において、加熱温度を変えて種々実験を行ったところ、加熱温度の違いによって支持体(6)表面に対するAlN膜結晶のc軸の方向が変化することがわかった。そして、上述のようにc軸が支持体(6)表面に垂直なAlN膜は加熱温度が1000℃前後で得られた。

さらに、本発明形成方法は $Al(OH)_3$ 溶液を支持体(6)に塗布し、窒素雰囲気中で加熱するだけであるので、従来困難であった形状が複雑な支持体

(6)にも $Al(OH)_3$ 溶液を容易に塗布することができる。所望のAlN膜を形成することができる。

#### (ト) 発明の効果

上述の説明から明らかな如く、本発明形成方法は、アルミニウム含有の金属アルコキシドを溶解及び加水分解し、この溶液を支持体に塗布して窒素雰囲気中で加熱するだけで容易にAlN膜が形成できる。即ち、本発明形成方法で用いる装置は、窒素が導入できる、1000℃程度までの加熱装置であればよく、したがって装置が複雑で大きかりになることはない。また、反応管内を高真空にすることもないので、全体のAlN膜形成時間も短縮できる。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明形成方法に用いる加熱装置の一実施例を示す断面図である。

(1)…反応管、(2)…ガス導入管、(3)…ガス排出管、(4)…栓体、(5)…電気ヒータ、(6)…支持体、(7)…載置台。

第1図

